

Üvegszál-erősítésű fogászati tömések mechanikai tulajdonságainak nanoindentációs vizsgálata vízben tárolás előtt és után

TDK-dolgozat

Szerző:

Sámi Márton

IV. éves anyagmérnök BSc hallgató

Témavezető:

Dr. Tarjányi Tamás

egyetemi tanársegéd

Dr. Fráter Márk

egyetemi adjunktus

Orvosi Fizikai és Orvosi Informatikai Intézet

SZTE SZAOK, TTIK

Szeged

2024

Tartalomjegyzék

Rövidítések jegyzéke.....	2
1. Bevezetés.....	3
2. Elméleti áttekintés	5
2.1 Nanoindentáció elméleti áttekintés	5
2.2 Standard lineáris viszkoelasztikus modell.....	7
3. Anyag és módszerek.....	10
3.1 Minták elkészítése	10
3.2 Minták előkészítése	11
3.3 Alkalmazott nanoindentációs mérési protokollok.....	12
3.4 Vízben tárolás protokollja	12
3.5 Statisztikai módszerek.....	13
4. Célkitűzések	14
5. Eredmények és diszkusszió.....	15
5.1 Statikus nanoindentációs eredmények.....	15
5.2 Kúszás eredmények	19
5.3 Vízben tárolás eredményei	28
6. Összefoglalás.....	30
7. Köszönetnyilvánítás	31
8. Irodalomjegyzék.....	32

Rövidítések jegyzéke

SEM – Pásztázó elektronmikroszkóp (Scanning Electron Microscope)

PCF - hagyományos szemcsés erősítésű kompozit

SFRC – Rövid üvegszál-as-erősítésű kompozit (Short Fiber Reinforced Composite)

95% CI – 95%-os konfidencia intervallum (95% Confidence Intervall)

STE – Standard hiba (STandard Error of the mean)

1. Bevezetés

A keménység jellemzésére elsőnek a Mohs-féle skálát találták ki, amelyen 10 anyag volt jelölve aszerint sorba rendezve, hogy melyik tud maradandó karcot lenyomni a másikon. A skálán az 1-es sorszámot (a legpuhább) a zsírka kapta és a 10-es a gyémánt. Később a 20. század elején igény merült fel a keménység pontosabb meghatározására. Brinell, Knoop, Vickers és Rockwell különböző geometriájú és anyagú nyomófejekkel végeztek benyomódási méréseket. Az alkalmazott erő és a keletkező lenyomat alapján határozták meg a keménységet [(1),(2)]. A mikrokeménység mérés és nanoindentáció a keménység mérésnek egy modern tovább gondolt formája.

A nanoindentáció ma már egy népszerű méréstechnológia az anyagok mechanikai tulajdonságainak meghatározására. A keménység mérésen kívül alkalmazzák még például a rugalmassági modulus, törési szívósság meghatározására is. A technológia az 1970-es évek óta fejlődik. Ezen fejlődés során különböző geometriájú, és minél kisebb méretű tűhegyeket hoztak létre, növelték a mért paraméterek (mélység és terhelőerő) pontosságát és felbontását [(2)]. Ezen kívül a mai napig zajlanak fejlesztések és kutatások a nanoindenterek terén, amik arra irányulnak, hogy minél többfajta anyagi tulajdonságot tudjunk meghatározni mit például: kúszás, szívósság, dinamikus modulus. Az elektroni fejlődésével növelni lehetett az adatgyűjtés sebességét, növelni a rögzített adatpontok számát, csökkenteni a környezet zajából származó pontatlanságokat.

Elterjedésük egyik oka, a megnövekedett érdeklődés a vékony rétegek, kis térfogatú minták mechanikai tulajdonságainak vizsgálata iránt. A nanoindentáció segítségével akár néhány mikrométeres rétegek tulajdonságait is mérni lehet. A mérési eredményeket a hordozóanyag tulajdonságai nem fogják jelentősen befolyásolni, ha a benyomódás kisebb, mint a rétegvastagságának a tizede. A technika szinte roncsolásmentesnek tekinthető [(1),(2)].

Manapság a hagyományos részecskés töltőanyagú kompozitokat (PFC) gyakran alkalmazzák a hiányzó fogszerkezetek helyreállítására, mivel gazdaságos megoldást nyújtanak. Az előállításuk egyszerű és gyors, valamint mindezek mellett jó mechanikai tulajdonságokkal és esztétikus optikai megjelenéssel rendelkeznek. Ezek az anyagok természetes árnyalatúak és képesek kötődni a fogzománcához és dentinhez. A betegek és klinikusok esztétikai igényeinek növekedése miatt a kompozitok használata még a hátsó fogakban is elterjedtté vált, ahol nagyobb terhelésnek vannak kitéve. Ezen anyagok tartósságának növelése érdekében

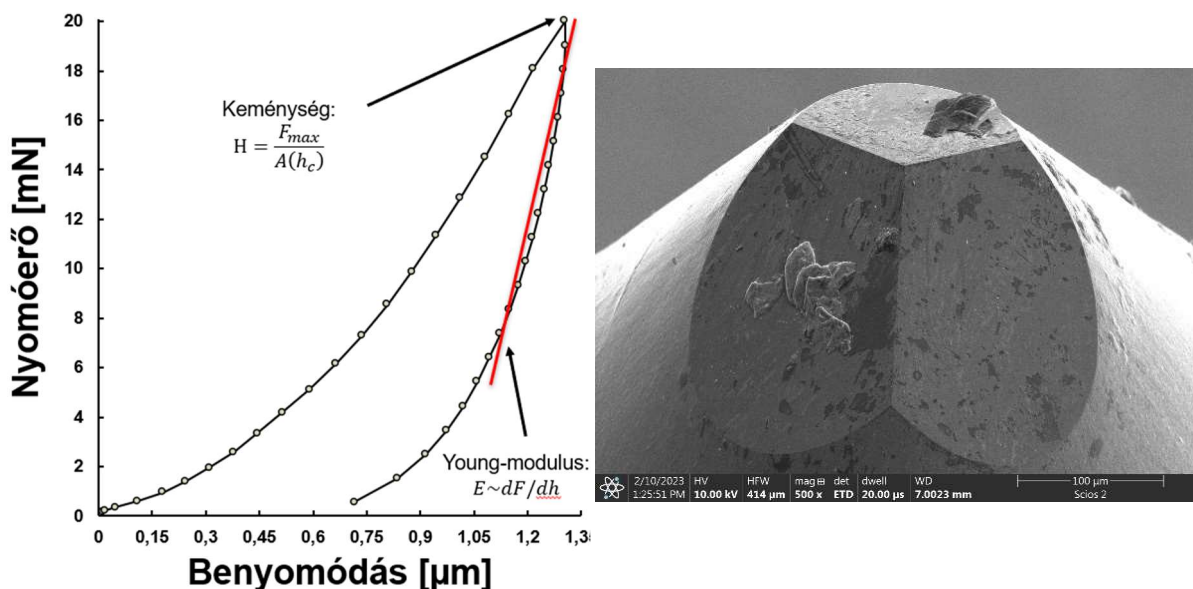
módosították a töltőrészek morfológiáját és méretét, de a PFC kompozitok nagyobb helyreállítások esetében törékenységük miatt még mindig korlátozottak. Az SFRC alkalmazása egy biomimetikus megközelítés, amely a dentin helyettesítésére szolgál, míg a PFC a zománc helyettesítésére. Az SFRC-nek magas a törésállósága, ami csökkenti a repedésképződés kockázatát, és a benne lévő üvegszálak elősegítik a polimerizálófény terjedését, így javítja a mélyebb rétegekben a polimerizációt. Ennek ellenére az SFRC gyártói nem javasolják az anyag fedőréteggént történő használatát. Fráter és munkatársai korábban klinikai vizsgálatokat végeztek, hogy megvizsgálják az SFRC használatának klinikai hatékonyságát, amikor fedőréteg nélkül alkalmazzák az oldalsó felszíneken a hátsó fogak helyreállításában [(4)].

2. Elméleti áttekintés

Ebben a fejezetben bemutatom a kutatásaim során alkalmazott módszereket, kísérleti megvalósításokat és protokollokat. A nanoindentáció során számos mechanikai tulajdonságát mérhetjük a vizsgált anyagoknak. Kutatásunk során a Semilab IND-1500 eszközzel mértük meg fogászati kompozitok keménységét, rugalmassági modulus értékeit, valamint viszkoelasztikus tulajdonságait. A mérési eredmények mechanikai analízisét a Semilab SDF szoftver nanoindenter moduljával értékeltük ki.

2.1 Nanoindentáció elméleti áttekintés

Az indentálás során két dolgot mérünk közvetlenül: a nyomóerőt (ezzel az erővel nyomjuk a tűt a felületbe) és a tű elmozdulását ezen erő hatására. A további anyagi tulajdonságokat a kontaktmechanikai modellek segítségével számíthatjuk ki. A H keménység és E rugalmassági modulus meghatározására Oliver-Pharr módszerét használhatjuk. A módszer lényege, hogy ezen mennyiségeket az F nyomóerő és h benyomódás segítségével határozza meg [(1),(3)]. Az 1. ábra egy, az említett módszerhez szükséges statikus mérés terhelési diagramját mutatja be, valamint a Berkovich nyomótű pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) felvételét.



1. ábra: Balra nanoindentáció során mért terhelési diagram, jobbra a Berkovich tűről készült SEM felvétel.

A diagramon a görbe két szakaszra osztható. Az első, felfutó szakasz, az úgynevezett elasztikus-plasztikus benyomódási szakasz. Ezen a szakaszon a felületet finoman közelítjük

meg, 0,05 mN erővel, majd a felület megérintése után folyamatosan növeljük az erőt a kívánt maximális erő értékig. Ez a fajta statikus mérés megfelel az ISO14577 szabványnak. A maximális erőértéknél szokás még valamennyi ideig tartani a terhelést konstans éréken, méréseink során ez 1 s-ig tartott. A H keménység a következő képlettel számolható:

$$H = \frac{F_{max}}{A_c(h)}, \quad (1)$$

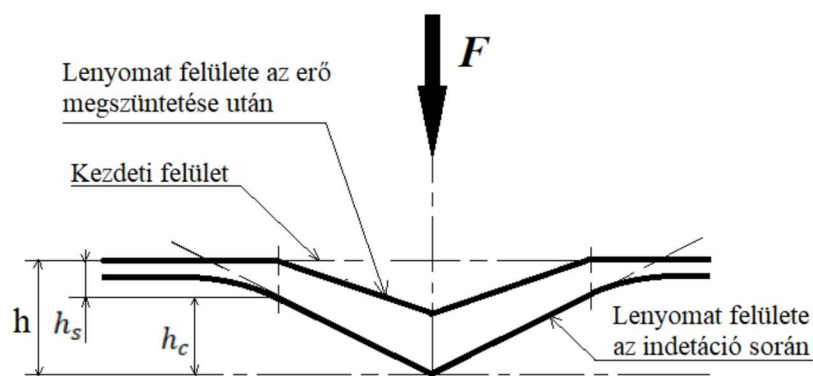
ahol $A_c(h)$ az F_{max} -hoz tartozó kontaktált terület [(1),(3)].

Mivel sokszor az érintkező felületek a mikrométeres vagy mikrométer alatti tartományban vannak, ezért a tűhegyek legkisebb eltérése az ideális mértani alaktól befolyásolják a mérési eredményeket. Ennek kiküszöbölése a kalibrációs lenyomat függvényrel (area function) lehetséges. Ez a függvény tartalmazza a különböző korrekciós lenyomat terület értékeket a különböző benyomódási mélységekben, amelyekkel korrigálni kell a lenyomat területet minden számolásnál. A méréseket Berkovich geometriájú nyomótűvel mértük, ami egy három oldalú piramis forma, amint azt az 1. ábra mutatja. Berkovich nyomótű esetén az $A(h)$ lenyomat terület és h benyomódás között a következő írható fel:

$$A(h) = 24,5h^2. \quad (2)$$

Amint a 2. ábra is mutatja a kontaktált területhez tartozó mélység nem egyenlő a teljes benyomódással ezért a (3). egyenlet alapján a h_c kontaktált mélység a következőképpen adható meg:

$$h_c = h - h_s. \quad (3)$$



2. ábra: A lenyomat paramétereinek bemutatása, a kontaktált felülethez tartozó mélység (h_c) és a teljes benyomódás (h) és kontaktált perem mentén az anyag behúzódása (h_s) szemléltetése.

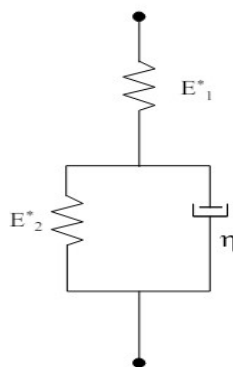
Mindezek mellet figyelembe kell venni, hogy a mérés során az indenter nyomótű is összenyomódik rugalmasan, amit a következő egyenlettel veszünk figyelembe:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}, \quad (4)$$

ahol E^* a kombinált modulus, az E_s a minta rugalmassági modulusa, E_i az indenter nyomótű anyagának rugalmassági modulusa (gyémánt esetén ez $E_i = 1050$ GPa), ν_s a minta Poisson-tényezője és ν_i a nyomótű Poisson-tényezője (gyémánt esetén ez $\nu_i = 0.07$) [(1),(3)].

2.2 Standard lineáris viszkoelasztikus modell

Bizonyos anyagok viszkoelasztikus tulajdonságokat mutatnak, ilyenek tipikusan a műanyagok/polimerek, bizonyos fémek vagy akár a kompozitok is. Az ilyen anyagoknak jelentős lehet a kúszásuk, amely állandó terhelés melletti további anyagdeformációt jelent. Számos modellt lehet alkalmazni a viszkoelasztikus és kúszással kapcsolatos jelenségek magyarázatára. Ezeknek a közös alapja az, hogy a modellek elemi részei a rugalmas változást leíró Hooke-test és a viszkózus viselkedést leíró Newton-test különböző kombinációjából áll. Általánosan a Hooke-testet egy rugó jelöli, míg a Newton-testet egy dugattyú. Eredményeink kiértékeléséhez a standard lineáris modellt alkalmaztuk (gyakran nevezik Zéner-modellnek is) mert ez a modell leír egy azonnali rugalmas változást az E_1 rugalmassági modulus tagon keresztül, valamint egy időbeli függést is az E_2 (retardált) rugalmassági modulus és η viszkozitás tagon keresztül. A modell kapcsolási rajzát a 3. ábra mutatja, melyen az E_1 tag sorosan van kötve a párhuzamosan kapcsolt E_2 - η rendszerrel (Kelvin-Voigt tag).



3. ábra: A standard lineáris modell reprezentációja, E_1 rugó sorosan kapcsolva a párhuzamosan kapcsolt E_2 és η rugó-dugattyú rendszerre.

Ezen modellre felírható, hogy a rendszerben ébredő feszültség egyenlő az E_1 rugó tag, valamint a Kelvin-Voigt tagra hatóval, azaz:

$$\sigma_{teljes} = \sigma_{rugó} = \sigma_{KV} . \quad (5)$$

A Kelvin-Voigt résznél látható, az ábráról is, hogy az itt ébredő feszültség a Newton-test és a 2. Hooke-test összege:

$$\sigma_{KV} = \sigma_{\eta} + \sigma_{rugó2} . \quad (6)$$

A rendszer relatív elmozdulása (összenyomódása vagy megnyúlása) az 1. rugó és a Kelvin-Voigt rendszer összege:

$$\varepsilon_{teljes} = \varepsilon_{rugó} + \varepsilon_{KV} . \quad (7)$$

Mivel a 2. rugó és dugattyú párhuzamosan van kapcsolva ezért a relatív elmozdulásuk azonos:

$$\varepsilon_{KV} = \varepsilon_{\eta} = \varepsilon_{rugó2} . \quad (8)$$

A Hooke-törvény (rugó erőtvénnyé) felírható a következő alakokban:

$$\sigma_{rugó} = E_{Rugó} \cdot \varepsilon_{rugó} , \quad (9)$$

ahol E a rugalmassági modulus. A Newton-féle viszkozitási törvény pedig felírható a következő alakban:

$$\sigma_{\eta} = \eta \dot{\varepsilon}_{\eta} . \quad (10)$$

Az előbbi összefüggéseket kihasználva, valamint a Hooke-féle rugalmasság és Newton-féle viszkozitási törvényeket adódik a következő inhomogén, időben elsőrendű differenciálegyenlet:

$$\sigma + \frac{\eta}{E_1 + E_2} \dot{\sigma} = \frac{E_1 E_2}{E_1 + E_2} \varepsilon + \frac{E_1 \eta}{E_1 + E_2} \dot{\varepsilon} . \quad (11)$$

Kúszás mérés során a mechanikai feszültség (vagy erő) állandó, ezért ennek a tagnak nincs időfüggése. Ekkor a (11) differenciálegyenletnek a megoldása:

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 \left[\frac{E_1 + E_2}{E_1 E_2} - \frac{1}{E_2} e^{-\frac{E_2}{\eta} t} \right] , \quad (12)$$

ahol σ_0 az ébredő feszültség, ε a relatív alakváltozás és t az kúszása időtartama. A (12) egyenletből felírható a mélység – idő függvény is, ami kúpos tű esetén a következőképpen írható fel:

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2} F \cdot \cot \alpha \left[\frac{1}{E_1^*} + \frac{1}{E_2^*} \left(1 - e^{-\frac{E_2^* t}{\eta}} \right) \right], \quad (13)$$

ahol $h(t)$ a benyomódás az idő függvényében, F a kúszás mérés alatt alkalmazott erő, és α az alkalmazott nyomótű kúpszöge. Berkovich tű esetén az ekvivalens kúp kúpszög

$$\alpha_{Berkovich} = 70,3^\circ.$$

A kombinált modulus értékekből a mintára vonatkozó értékek kiszámíthatóak a korábban megadott (4) összefüggés alapján [32(1)(5)(6)].

3. Anyag és módszerek

3.1 Minták elkészítése

Vizsgálataink során háromfajta különböző kompozitból készült mintákat vizsgáltunk, amiket a Szegedi Tudományegyetem Konzerváló és Esztétikai fogászat intézetében készítettek foto-polimerizációs módszerrel. A felhasznált kompozitok a következők voltak: üvegszál-as-erősítésű kompozit (SFRC), folyékony bulkfill kompozit és hagyományos szemcse erősítésű kompozit (PFC). Ezeknek a kompozitoknak gyártóit az 1. táblázat foglalja össze.

Termék neve	kompozit típus	Gyártó
EverX Flow Bulk Shade	SFRC	GC Europe, Leuven, Belgium
SDR flow+	folyékony Bulkfill	Dentsply Sirona, Charlotte, USA
G-aenial Posterior A2	PFC	GC Europe, Leuven, Belgium

1. táblázat A felhasznált kompozitok adatai.

Ezekből a kompozitokból egy 5x5x5 mm-es fém tégelyben különböző vastagságú és különböző anyagú rétegekben lettek polimerizálva a kompozitok. Így összesen 5 különböző csoport készült, csoportonként 18 mintával. A kollegák a foto-polimerizációhoz nagy teljesítményű kézi polimerizáló lámpát használtak (D-Light Pro, GC Europe, Leuven, Belgium) és minden réteget 20 s-ig világítottak meg. A konkrét csoportok a következőképpen néztek ki:

1. csoport (kontrol): háromrétegű minta hagyományos szemcse erősítésű kompozitból (G-aenial Posterior A2), az alkalmazott rétegvastagságok 2 – 2 – 1 mm.
2. csoport (SFRC háromrétegű): háromrétegű minta hagyományos szemcse erősítésű kompozitból (EverX Flow Bulk Shade), az alkalmazott rétegvastagságok 2 – 2 – 1 mm.
3. csoport (SFRC egyrétegű): ugyan abból a kompozitból (SDR flow+) készült, mint a 2. csoport, azzal a különbséggel, hogy az egész 5 mm-es rétegben lett elkészítve.
4. csoport (PFC egyrétegű): ebben az esetben ugyan abból a kompozitból készült, mint az 1. csoport, azzal a különbséggel, hogy az egész egy 5 mm-es rétegben lett elkészítve.
5. csoport (SFRC + SFRC + PFC): háromrétegű minta, az első két csoporthoz hasonlóan a rétegvastagságok 2 – 2 – 1 mm. Az alsó két 2 mm-es réteg SFRC-ből, a felső 1 mm-es réteg pedig PFC-ből készült.

Csoport	Anyag	Elkészítés módja
1 (Referencia)	PFC	Háromrétegű (2 – 2 – 1 mm)
2	SFRC	Háromrétegű (2 – 2 – 1 mm)
3	SFRC	Egyrétegű (5 mm)
4	PFC	Egyrétegű (5 mm)
5	2*SFRC+PFC	Háromrétegű (2 – 2 – 1 mm)

2. Táblázat Összefoglaló a vizsgált csoportoról.

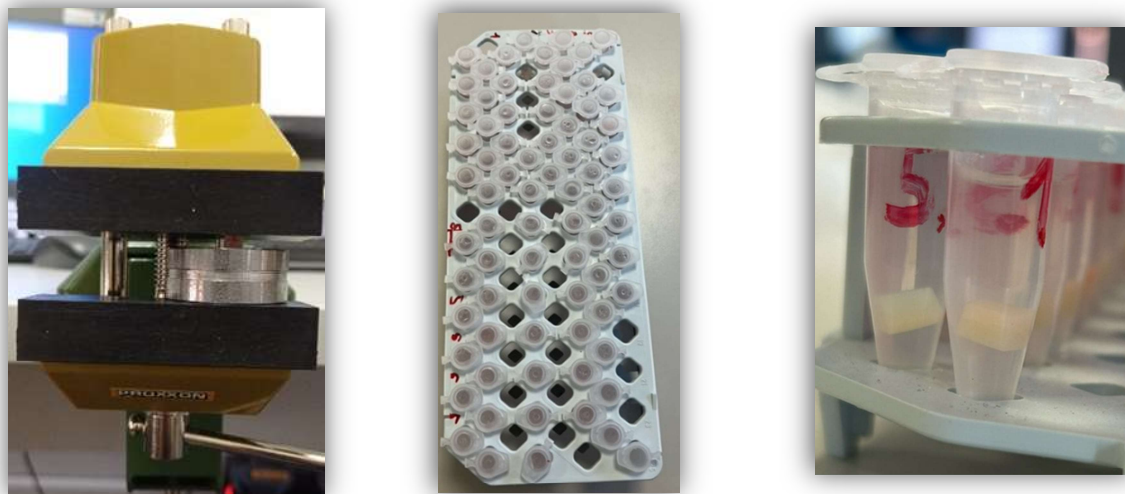
3.2 Minták előkészítése

A nanoindentációs mérésekhez a mintákat síkra csiszolt acél pogácsákra szokás felragasztani a stabilitás érdekében. A minták mérendő és szemközti oldalait felcsiszoltuk párhuzamos síkokra, ezzel együtt a mérendő oldalról a formaleválasztó anyagot is lecsiszoltuk. A csiszoláshoz különböző érdességű szilícium-karbid csiszolópapírt használtunk, a csiszolópapírokat a csiszolás alatt folyamatosan vizeztük. A mérendő oldalnak a felületi érdességét is csökkenteni akartuk ezért ezt három lépésben csiszoltuk egyre finomabb csiszolópapírokkal a következő módon:

- P1500-as papírral alakítottuk ki a párhuzamos síkfelületeket.
- P2000-es papírral addig csiszoltuk amíg a nagyobb karcolások eltűntek a felületről, amik a P1500-as csiszolás után még megmaradtak.
- P2500-as papírral még 40 s-ig csiszoltuk, tapasztalatunk szerint ennyi idő alatt kellően sima lett a felület.

A csiszolás után a mintákat hőre lágyuló (~80°C-nál kezd lágyulni, amely már károsítaná a kompozit mintáinkat) optikai ragasztóval rögzítettük az acél pogácsára a következő módon, hogy a minták ne kapjanak hőterhelést:

- A hőre lágyuló optikai ragasztót önmagában felvittük az acélpogácsára, majd megvártuk amíg teljesen kihűl és megszilárdul a ragasztó.
- A minta hasábok helyére acetont cseppentettünk és egy satu segítségével a mintákat odaszorítottuk a fém-pogácsára.
- Megvártuk míg az aceton elpárolgott és a ragasztó újra megszilárdult, amely körülbelül 45 percet vett igénybe.



4. ábra A minták rögzítése az acélpogácsára satuval történt.

3.3 Alkalmazott nanoindentációs mérési protokollok

A mérési sorozat megkezdése előtt csináltam egy friss lenyomat terület kalibrációs függvényt a mérőtűre. Ezt a kalibrációs függvényt használtam az összes mérés kiértékelése során. A mérőgép kihajlását (compliance) a kalibráció során $0,0003 \frac{\mu m}{mN}$ mértem. A mérések megkezdése előtt a mintákat etanollal tisztítottuk meg. Az egyes terhelési görbék felvétele során a felületet a mérőtű $0,15 \text{ mN}$ -al érintette meg. A keménységet 19 különböző pontban mértük, melyeknek a maximális erőértékét 20 mN -nak határoztuk meg. Az 1-6-os minták esetén a méréseket a minták tetején végeztük el, a 7-12-es minták esetén az egyik oldalán és a 13-18-as minták esetén az alján. Az anyagok kúszás mérése során a mintákon 10 különböző pontban mértük. Ezeket a méréseket csak az 1-6-os minták esetén végeztük el a minták tetején, 25 mN erővel 300 s -on keresztül. Ezután a mintákat vízben tároltuk 30 napig majd a hat minta tetején újra megmértük az előbb leírt keménységet és kúszást.

3.4 Vízben tárolás protokollja

A mintákat egy négyszögalapú hasábnak tekintettem és lemértem a méreteit a vízben tárolás előtt mikrométer csavarral. A mért adatokból kiszámoltam a hasábminták térfogatát. A mintákat desztilláltvízzel megtöltött eppendorf csőben helyeztük el és előre meghatározott időpontokban megmértük a tömegét. Az 1, 2, 3, 10, 14, 28, 30 napokon kivettük az eppendorf tárolóból és lemértük a minták tömegét analitikai mérleggel (OHAUS Europe GmbH Pioneer Plus Analytical PA224C Digitális, technológiai analitikai labor mérleg). A mintákat az egyes

tömegmérések után visszahelyeztük a tárolócsőbe és feltöltöttük friss desztillált vízzel. Az egységnyi térfogatra jutó vízfelvételt a következőképpen számítottuk ki:

$$\varphi = \frac{m_w - m_0}{V}, \quad (14)$$

ahol m_w az adott napon mért tömege a mintának, m_0 a minta tömege vízben tárolás előtt, V a minta térfogata, φ pedig az egységnyi térfogatra jutó vízfelvétel tömege.

3.5 Statisztikai módszerek

A statisztikai elemzésekhez IBM SPSS 23 (IBM Corp., Armonk, NY) és Microsoft Excel 365-öt használtunk. A mért mennyiségek eloszlásának normalitását Shapiro-Wilk próbával és grafikusán is ellenőriztük. A variancia homogenitására Levene-próbát végeztünk. Varianciaanalízist (ANOVA) használtunk a csoportok átlagainak összehasonlítására Bonferroni poszt hoc próbával kiegészítve. A kúszás kapcsán mért benyomódásra legkisebb négyzetes módszerrel végeztünk illesztést a standard lineáris modell alapján. A párosított adatok esetén t-próbát alkalmaztunk (csoporton belül vízben tárolás előtt és utáni összehasonlítás). A statisztikai próbákhoz az irodalomban meghatározott 5%-os szignifikancia szintet használtuk.

4. Célkitűzések

A kutatásunk célja különböző, fogászatban alkalmazott anyagok mechanikai tulajdonságainak meghatározása nanoindentációs mérések segítségével. Ezen anyagok vizsgálata különösen fontos, mivel a fogászati felhasználás során a mechanikai terhelések és az idővel bekövetkező deformációk nagymértékben befolyásolhatják a fogpótlások élettartamát, ezért statikus keménység méréseket és kúszás vizsgálatokat végeztünk a mintákon.

A kutatásunk során többféle fogászati anyagot tesztelünk: SFRC, Bulk-fill kompozit és PFC. A minták mechanikai tulajdonságait különböző helyeken – alján, oldalán és tetején – mérve, így értékelve az egyes részek közötti különbségeket és az anyagi jellemzők függését a polimerizáció irányának függvényében (a minták tetejét világítottuk meg a polimerizáció során).

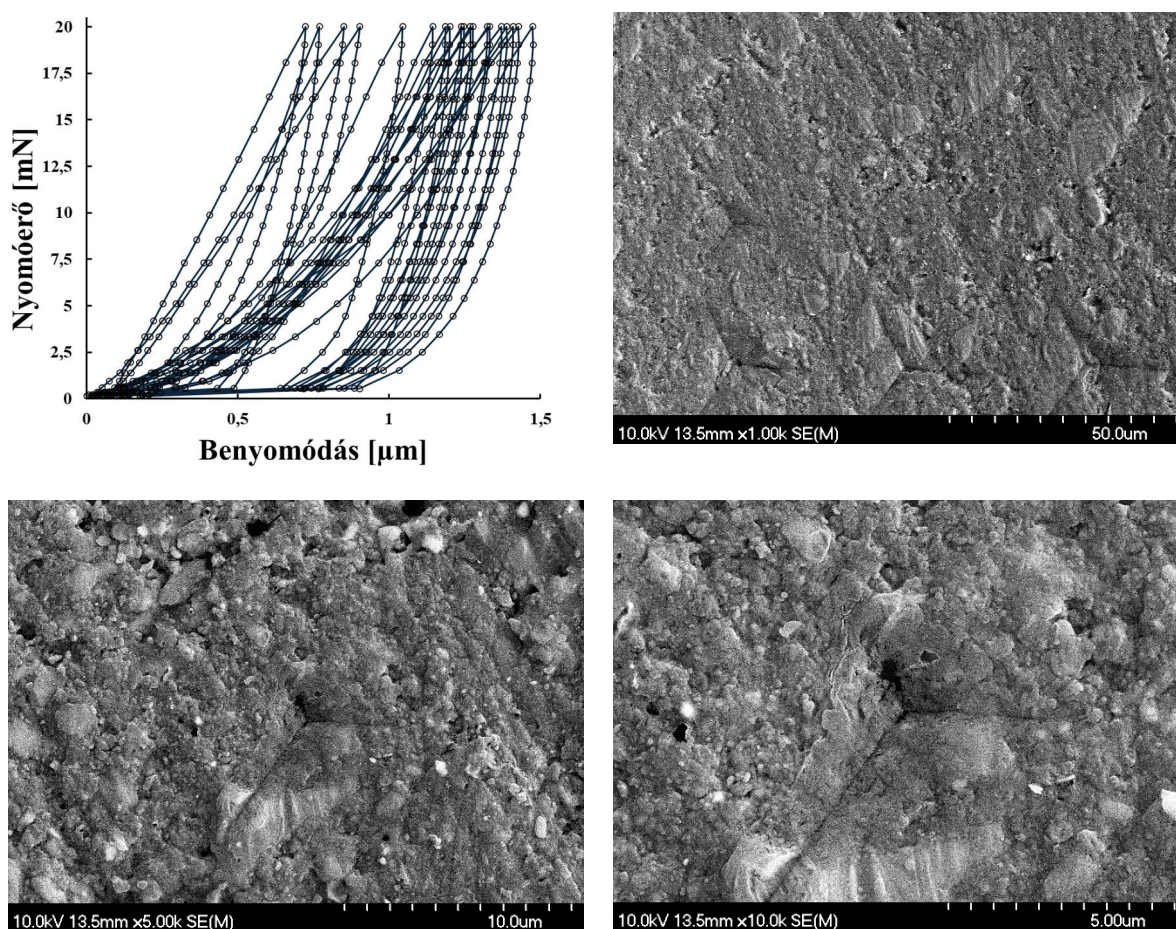
Emellett célunk a minták egységnyi térfogatra jutó vízfelvevő képességének meghatározása is, amely szintén kritikus szempont a fogászati anyagoknál, mivel a szájüregben a nedvesség jelentős hatással lehet az anyagok stabilitására és időbeli tulajdonságainak változására. Ezért a mintákat 30 napon keresztül vízben tároltuk, és az idő letelte után a tetején újra elvégeztük a tetején a statikus keménység mérést és kúszás vizsgálatot. Továbbá mérési eredményeket statisztikai módszerekkel elemeztük, amelyek lehetővé teszik, hogy összehasonlítsuk a csoportok közötti és a csoporton belüli különbségeket, illetve a vízben tárolás előtti és utáni állapotokat is.

- I. Nanoindentációs mérések során meghatározni különböző fogászatban releváns anyagok mechanikai tulajdonságait (keménység és kúszás).
- II. A különböző minták egyesnyi térfogatára jutó víz felvevő képesség meghatározása 30 nap alatt.
- III. A mérésekből kapott eredmények összehasonlítása statisztikai módszerekkel:
 - a. csoportok között (tetején, oldalán és alján külön)
 - b. vízben tárolás előtt és vízben tárolás után (tetején mért statikus keménység és kúszási paraméterek).

5. Eredmények és diszkusszió

5.1 Statikus nanoindentációs eredmények

A statikus keménységmérések során az egyes mintákon 19 darab mérés történt. Csoportonként 18 mintával dolgoztunk. Az alkalmazott maximális erő ezeknél a méréseknél 20 mN volt. A mérés után hátrahagyott lenyomatról látható egy általunk készített SEM felvétel az 5. ábrán. A SEM felvételek elkészítéséhez szigetelő anyagok esetén gyakran be kell vonni a vizsgálni kívánt felületet vezető anyaggal. Esetünkben egy vékony aranyréteggel vontuk be a minta felületét.



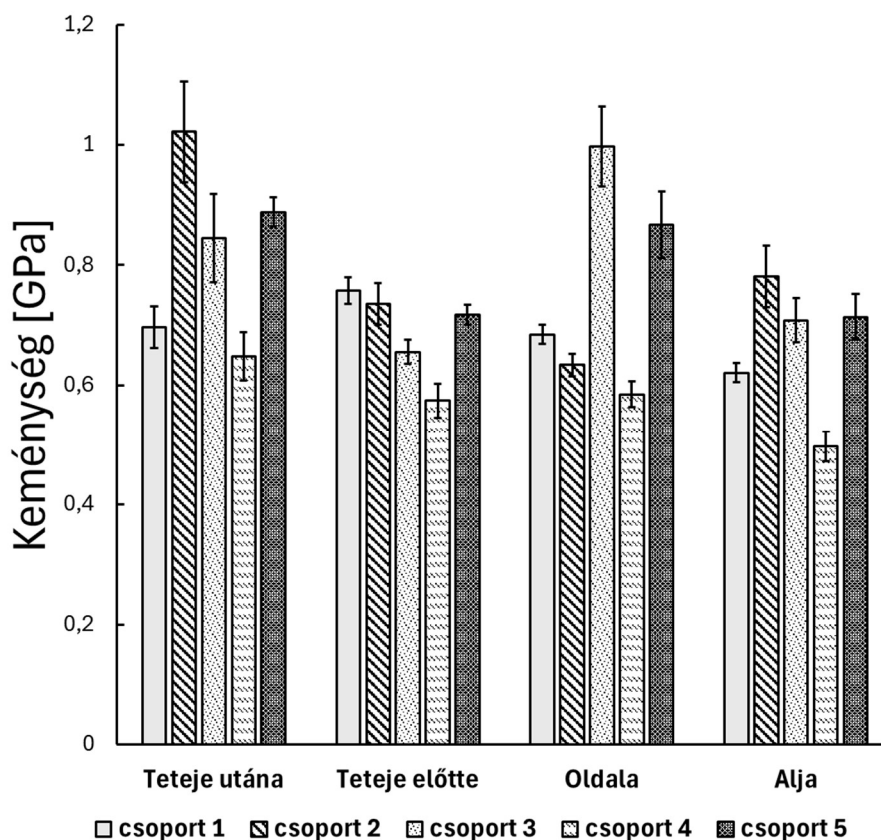
5. ábra Egy mérési F-h görbe sereg és a lenyomatának SEM képe három különböző nagyításban.

A statikus keménység mérési eljárást a minták tetején, oldalán és alján is elvégeztük vízben tárolás előtt, utána már csak a tetején ismételtük meg. A mérések eredményeinek átlagát és standard hibáját szemlélteti a 6. ábra. Az ANOVA próba szignifikáns különbséget mutatott a különböző csoportok átlagos keménység értékei között ($p < 0,001$). A Bonfferoni poszt hoc próba eredményeit a 3-6. táblázat foglalja össze. A minták tetején vízben tárolás előtt végzet

mérések során (3.táblázat) a 4.csoport szignifikánsan alacsonyabb átlagos keménységet mutat, mint az összes többi csoport ($p < 0,001$). Ezen kívül a 3. csoport tér el szignifikánsan az 1. csoporttól ($p = 0,028$). Ehhez képest vízben tárolás után (4. táblázat) az előbb említett relációk megváltoznak, a 4. csoport már csak a 2. 3. és 5. csoportoktól mutat szignifikánsan kisebb átlagkeménységet ($p < 0,001$; $p = 0,038$; $p < 0,001$). Ezúttal az 1. csoport szignifikánsan kisebb értéket mutat a 2. és 5. csoportokhoz képest ($p < 0,001$).

A minták oldala esetén (5. táblázat) a 3. csoportnál mértünk szignifikánsan nagyobb átlagkeménységet az 1. 2. és 4. csoporthoz képest ($p < 0,001$), e mellet még az 5. csoport a 2. és 4. csoporttól tér el szignifikánsan ($p = 0,001$; $p < 0,001$), valamint az 1. csoport a 4. csoporttól mutat eltérést ($p = 0,005$).

A minták alján (6. táblázat) hasonló a tetején mért eredményekhez képest, a 4. csoport minden más csoporttól szignifikánsan kisebb átlagkeménységet mutat, ellenben ebben az esetben a 3. csoport nem tér el szignifikánsan az 1. csoporttól, ($p < 0,001$).



6. ábra A statikus keménységmérés eredményei.

	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	1,000	-			
3. csoport	0,028*	1,000	-		
4. csoport	<0,001*	<0,001*	<0,001*	-	
5. csoport	1,000	1,000	0,326	<0,001*	-

3. Táblázat A Bonferroni post hoc próba p értékei, melyek összehasonlítják a vízben tárolás előtt tetején mért statikus keménységek átlagértékeit a különböző csoportok között.

	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	<0,001*	-			
3. csoport	0,211	0,493	-		
4. csoport	1,000	<0,001*	0,038*	-	
5. csoport	<0,001*	1,000	0,085	<0,001*	-

4. Táblázat A Bonferroni post hoc próba p értékei, melyek összehasonlítják a vízben tárolás 30. napján tetején mért statikus keménységek átlagértékeit a különböző csoportok között.

	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	1,000	-			
3. csoport	<0,001*	<0,001*	-		
4. csoport	0,005*	0,500	<0,001*	-	
5. csoport	0,412	0,011*	0,364	<0,001*	-

5. Táblázat A Bonferroni post hoc próba p értékei, melyek összehasonlítják a vízben tárolás előtt oldalán mért statikus keménységek átlagértékeit a különböző csoportok között.

	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	0,142	-			
3. csoport	1,000	1,000	-		
4. csoport	<0,001*	<0,001*	<0,001*	-	
5. csoport	1,000	1,000	1,000	<0,001*	-

6. Táblázat A Bonferroni post hoc próba p értékei, melyek összehasonlítják a vízben tárolás előtt alján mért statikus keménységek átlagértékeit a különböző csoportok között.

	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Átlag [GPa]	0,76	0,74	0,66	0,57	0,72
Szórás [GPa]	0,02	0,03	0,02	0,03	0,02
Medián [GPa]	0,72	0,62	0,63	0,50	0,72
Standard hiba [GPa]	0,24	0,36	0,19	0,29	0,16
Variancia	0,06	0,13	0,04	0,08	0,03
Csúcsosság	4,80	8,13	5,02	2,79	0,56
Ferdeség	1,58	2,69	1,76	1,62	0,76

7. táblázat A tetején mért H keménység leíró statisztikája vízben tárolás előtt.

	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Átlag [GPa]	0,70	1,02	0,85	0,65	0,89
Szórás [GPa]	0,03	0,08	0,07	0,04	0,02
Medián [GPa]	0,67	0,72	0,64	0,54	0,83
Standard hiba [GPa]	0,34	0,84	0,72	0,39	0,26
Variancia	0,11	0,70	0,52	0,15	0,07
Csúcsosság	1,59	4,15	1,71	7,88	2,40
Ferdeség	0,73	2,14	3,78	2,67	1,31

8. táblázat A tetején mért H keménység leíró statisztikája vízben tárolás után.

	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Átlag [GPa]	0,68	0,63	1,00	0,59	0,87
Szórás [GPa]	0,02	0,02	0,07	0,02	0,06
Medián [GPa]	0,66	0,59	0,78	0,55	0,64
Standard hiba [GPa]	0,16	0,17	0,69	0,22	0,57
Variancia	0,02	0,03	0,48	0,05	0,32
Csúcsosság	0,87	6,19	8,64	0,61	5,13
Ferdeség	0,86	1,99	2,57	0,85	2,21

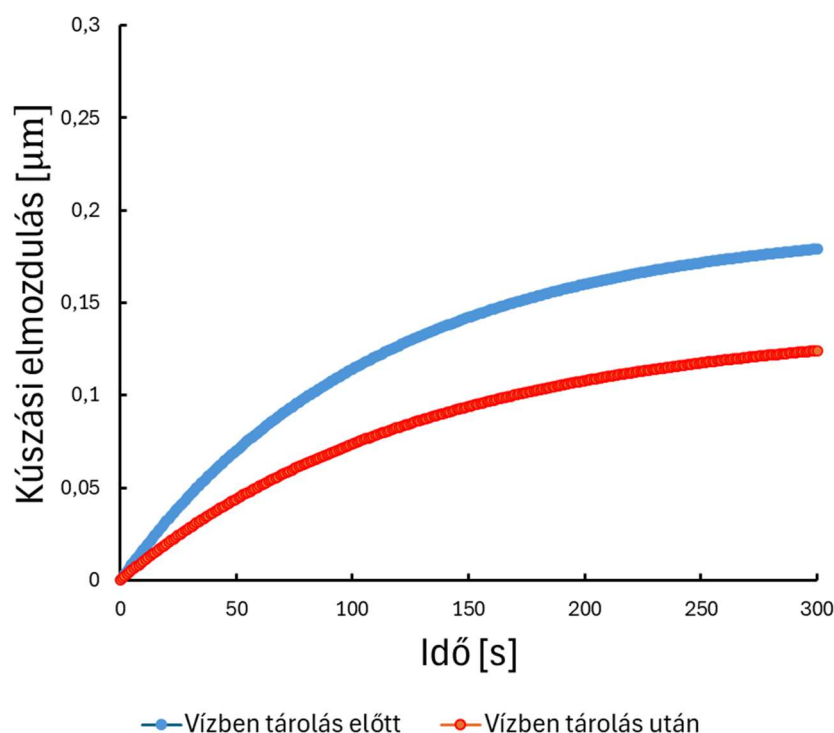
9. táblázat Az oldalán mért H keménység leíró statisztikája vízben tárolás előtt.

	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Átlag [GPa]	0,62	0,78	0,71	0,50	0,71
Szórás [GPa]	0,02	0,05	0,04	0,02	0,04
Medián [GPa]	0,59	0,59	0,59	0,44	0,64
Standard hiba [GPa]	0,16	0,50	0,39	0,25	0,37
Variancia	0,03	0,25	0,15	0,06	0,14
Csúcsosság	0,65	5,88	1,69	9,14	11,03
Ferdeség	0,63	2,43	2,92	2,61	2,98

10. táblázat Az alján mért H keménység leíró statisztikája vízben tárolás előtt.

5.2 Kúszás eredmények

A kúszás mérés során 300 s-on át 25 mN terhelést fejtett ki a mérőberendezés, az anyag felületébe nyomva a Berkovich nyomótűt. A benyomódási adatokra a standard lineáris modellt illesztettük a legkisebb négyzetek módszere alapján. Ezen modell során 3 paraméter illesztése történik, az E_1 rugalmassági modulus, és az időbeli függést leíró E_2 és η retardált modulus és viszkozitás értékek. Az első rugalmassági modulus érték egy azonnali rugalmas változást ír le (a nulladik időpillanatban), míg a retardált paraméterek egy exponenciális telítődő jellegű függést írnak le az időfüggvényében. A kúszás vizsgálatot csak a minták tetején végeztük el vízben tárolás előtt és után, 6 mintán csoportonként. A következő 7. ábra az 1. csoport esetén mutat két karakterisztikus kúszási görbét vízben tárolás előtt és után. Ezen kúszási görbék esetén a kezdeti rugalmas változás kivonásra került a mért benyomódásból.



7. ábra: Az 1. csoport esetén két (vízben tárolás előtt és után) mért kúszási elmozdulás görbe az idő függvényében.

A következő 11. táblázat és 12. táblázat a mért kúszási elmozdulások leíróstatisztikáját összegzi az összes csoportra vonatkozóan 300 s-nál. A 300 s-nál mért kúszási görbék összehasonlítását az 8. ábra mutatja vízben tárolás előtt és után is.

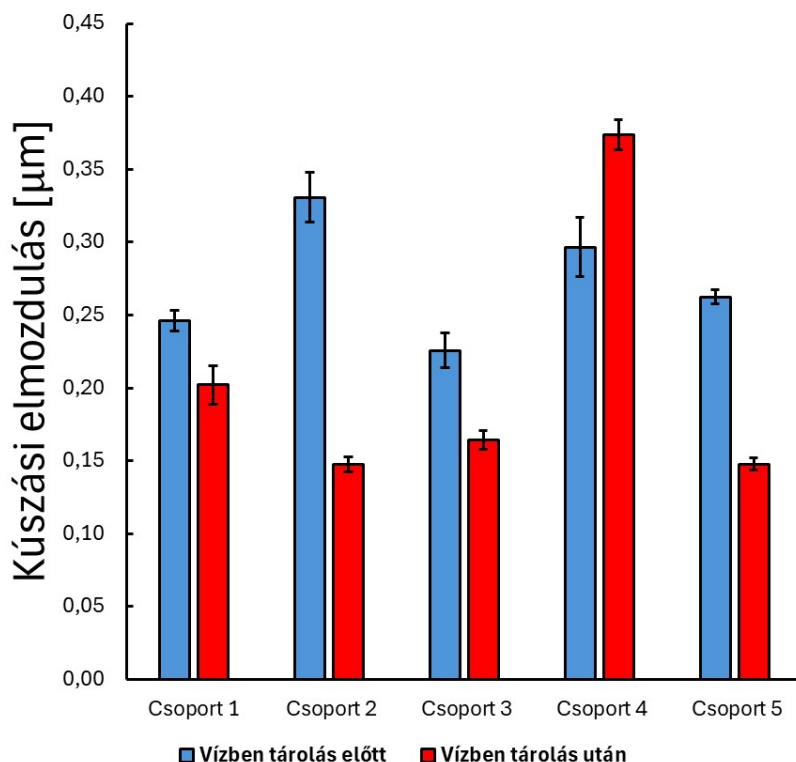
	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Átlag [μm]	0,25	0,33	0,23	0,30	0,26
Szórás [μm]	0,06	0,13	0,08	0,16	0,04
Medián [μm]	0,22	0,27	0,22	0,25	0,26
Standard hiba [μm]	0,01	0,02	0,01	0,02	0,01
Csúcsosság	1,59	-0,44	2,98	1,57	0,56
Ferdeség	1,61	0,74	1,23	1,49	0,39
Elemzés	58	60	44	59	59
95%-os CI	0,01	0,03	0,02	0,04	0,01

11. táblázat: a vízben tárolás előtti kúszási elmozdulások leíróstatistikája.

	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Átlag [μm]	0,25	0,33	0,23	0,30	0,26
Szórás [μm]	0,06	0,13	0,08	0,16	0,04
Medián [μm]	0,22	0,27	0,22	0,25	0,26
Standard hiba [μm]	0,01	0,02	0,01	0,02	0,01
Csúcsosság	1,59	-0,44	2,98	1,57	0,56
Ferdeség	1,61	0,74	1,23	1,49	0,39
Elemzés	58	60	44	59	59
95%-os CI	0,01	0,03	0,02	0,04	0,01

12. táblázat: a vízben tárolás utáni kúszási elmozdulások leíróstatistikája.

A 8. ábra is mutatja, hogy jelentős, statisztikailag szignifikáns eltérések vannak bizonyos csoportok között. A varianciaanalízis alapján szignifikáns az eltérés az átlagos kúszási elmozdulások között a csoportok között ($p < 0,001$), mind vízben tárolás előtt, és mind vízben tárolás után. Az egyes csoportok közötti eltérés analízisére szintén Bonferroni poszt hoc próbát alkalmaztunk, amelynek eredményeit a 11. táblázat és 12. táblázat mutatja. A próba alapján vízben tárolás előtt (kék oszlopok a diagrammon) statisztikailag szignifikáns az eltérés az átlagos kúszási elmozdulásokra az 1. és 2. csoportok között, a 2. és 3. csoportok között, a 2. és 5. csoportok között és a 3. és 4. csoportok között. Vízben tárolás után (piros oszlopok a diagrammon) az eltérés szignifikáns az 1. és az összes csoport között, a 2. és 4. csoportok között, a 3. és 4. csoportok között, valamint a 4. és 5. csoportok között.



8. ábra: A 300 s-nél mért kúszási elmozdulások átlagos értékei az összes csoportra vonatkozóan vízben tárolás előtt és után, a hibásáv a standard hibát jelöli.

Δh 300 s	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	<0,001*	-			
3. csoport	1,000	<0,001*	-		
4. csoport	0,903	0,155	0,042*	-	
5. csoport	1,000	0,024*	0,321	1,000	-

13. Táblázat: A Bonferroni post hoc próba p értékei, amely összehasonlítja az egyes csoportok átlagos kúszási elmozdulás értékeit 300 s-nél, vízben tárolás előtt.

Δh 300 s	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	<0,001*	-			
3. csoport	0,003*	1,000	-		
4. csoport	<0,001*	<0,001*	<0,001*	-	
5. csoport	<0,001*	1,000	0,921	<0,001*	-

14. táblázat: A Bonferroni post hoc próba p értékei, amely összehasonlítja az egyes csoportok átlagos kúszási elmozdulás értékeit 300 s-nél, vízben tárolás után.

A kúszás során mért benyomódásra illesztett standard lineáris modell paramétereit a következő **15.** táblázat - **20.** táblázat foglalja össze. A csoportok átlagértékeire vonatkozó összehasonlító statisztikai próbák eredményeit pedig a **21-26** táblázatok mutatják be. Az eredmények azt mutatják, hogy vízben tárolás előtt a 3. csoport és a 4. csoport esetén az E_1 átlagos modulus értékek szignifikánsan eltértek egymáshoz képest ($p=0,005$), míg a többi csoport esetén nem volt statisztikailag kimutatható különbség ezen mennyiségben. Az időfüggést leíró átlagos E_2 és átlagos η paraméterek szignifikáns eltérést mutattak a csoportok között 30 nap vízben tárolás elteltével is ($p<0,001$). Az E_2 paraméter esetén vízben tárolás előtt a 2. és 3. csoport, a 2. és 4., valamint a 3. és 5. csoportok esetén volt kimutatható szignifikáns eltérés. Ezen paraméter esetén az eltérés továbbra is szignifikáns volt a vízben tárolás után is a 2. és 4. csoportok esetén, valamint a 3. és 4. csoportok esetén. A viszkozitás paraméterre vízben tárolás előtt a 3. és 4. csoportok mutattak szignifikáns eltérést. A vízben tárolás után a 4. csoport minden más csoporthoz képest szignifikáns eltérést mutatott, továbbá az 1. és 5. csoport is jelentős különbséget mutatott. Az átlagos E_1 , E_2 modulus és η viszkozitás értékek a **9.** **10.** és **11.** ábrán láthatóak, az ábrán a standard hibát jelöli a hibasáv.

E_1 pre [GPa]	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Átlag	7,32	7,62	8,55	6,41	7,35
STE	0,20	0,44	0,50	0,56	0,19
Medián	7,34	6,34	7,25	5,38	7,07
Szórás	1,46	3,39	3,25	4,30	1,39
Csúcsosság	0,09	4,39	0,50	11,35	2,83
Ferdeség	-0,09	2,19	1,12	3,07	1,21
Elemzés	55	60	43	58	51
95% CI	0,39	0,88	1,00	1,13	0,39

15. táblázat Az illesztett E_1 rugalmassági modulus leíró statisztikája vízben tárolás előtt.

E_1 poszt [GPa]	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Átlag	8,48	8,79	10,19	6,36	10,34
STE	0,46	0,57	0,74	0,49	0,38
Medián	8,25	7,10	8,80	5,38	9,93
Szórás	2,58	3,93	4,93	3,43	2,94
Csúcsosság	1,48	4,21	2,61	17,43	0,78
Ferdeség	0,58	2,07	1,63	3,63	0,95
Elemzés	32	48	44	50	59
95% CI	0,93	1,14	1,50	0,98	0,77

16. táblázat Az illesztett E_1 rugalmassági modulus leíró statisztikája vízben tárolás után.

E_2 pre [GPa]	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Átlag	23,63	17,78	28,56	24,70	19,25
STE	0,90	1,39	1,97	2,22	0,79
Medián	24,15	18,99	24,79	19,75	18,49
Szórás	6,67	10,77	12,91	16,88	5,61
Csúcsosság	0,49	0,11	-0,22	5,04	3,26
Ferdeség	-0,53	0,63	0,79	1,97	1,56
Elemzés	55	60	43	58	51
95% CI	1,80	2,78	3,97	4,44	1,58

17. táblázat Az illesztett E_2 rugalmassági modulus leíró statisztikája vízben tárolás előtt.

E_2 poszt [GPa]	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Átlag	35,02	48,93	44,50	13,73	48,22
STE	2,42	4,28	2,80	0,80	2,23
Medián	32,02	43,09	39,72	12,14	45,01
Szórás	13,69	29,67	18,55	5,67	17,10
Csúcsosság	-0,73	21,40	-0,22	7,39	-0,34
Ferdeség	0,55	4,03	0,74	2,34	0,48
Elemzés	32	48	44	50	59
95% CI	4,94	8,61	5,64	1,61	4,46

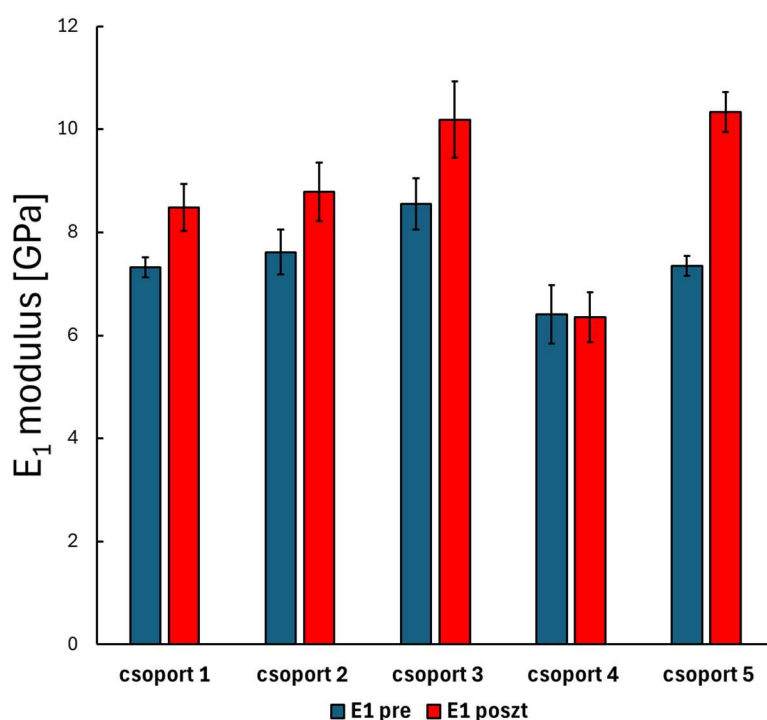
18. táblázat Az illesztett E_2 rugalmassági modulus leíró statisztikája vízben tárolás után.

η pre [GPa·s]	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Átlag	2824,72	2739,16	3427,40	2657,22	3340,40
STE	80,31	177,52	163,40	273,36	78,68
Medián	2866,03	2445,20	3150,20	2087,15	3320,27
Szórás	595,56	1375,04	1071,52	2081,86	561,86
Csúcsosság	-0,38	3,55	0,01	8,43	1,38
Ferdeség	-0,30	1,69	0,70	2,63	0,59
Elemzés	55	60	43	58	51
95% CI	161,00	355,21	329,76	547,40	158,03

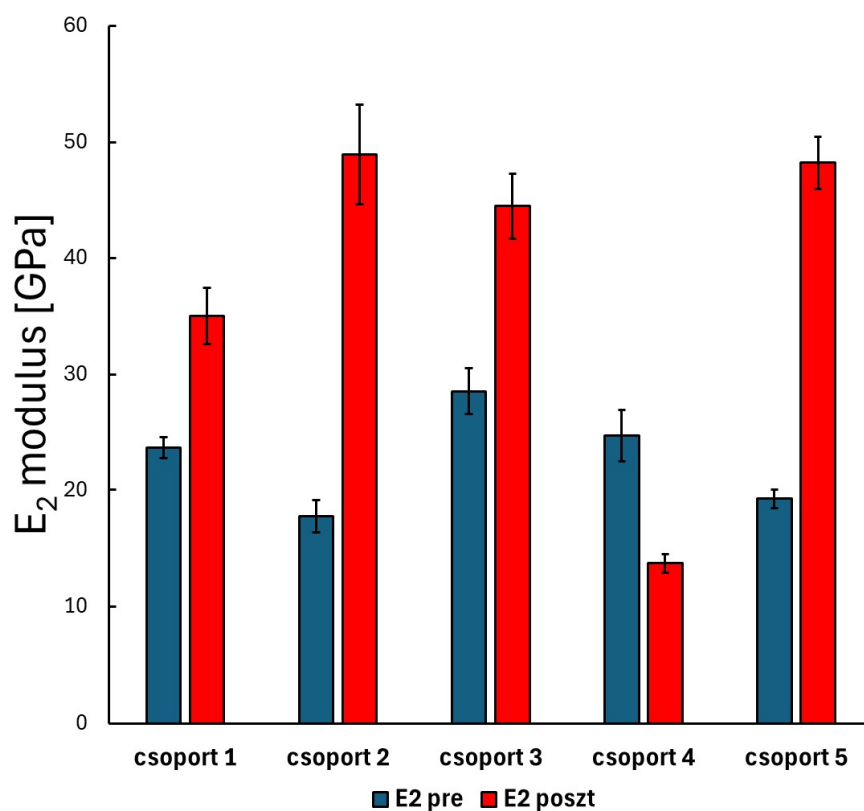
19. táblázat Az illesztett η rugalmassági modulus leíró statisztikája vízben tárolás előtt.

η poszt [GPa·s]	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Átlag	5037,42	5813,62	6011,06	1843,93	6887,20
STE	341,73	395,16	413,34	115,96	231,94
Medián	5158,10	5275,11	5979,03	1720,19	6999,17
Szórás	1933,12	2737,74	2741,81	819,94	1781,60
Csúcsosság	-0,53	1,23	2,13	15,77	-0,14
Ferdeség	0,36	1,13	0,89	3,43	0,27
Elemzés	32	48	44	50	59
95% CI	696,96	794,96	833,59	233,02	464,29

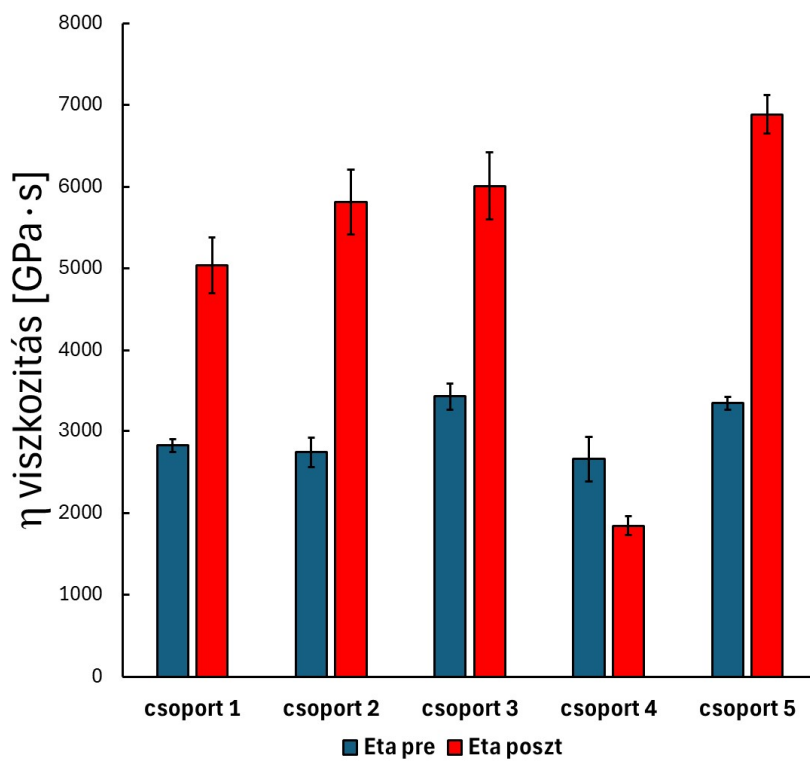
20. táblázat Az illesztett η rugalmassági modulus leíró statisztikája vízben tárolás után.



9. ábra: A standard lineáris modellel illesztett átlagos E_1 modulus értékek vízben tárolás előtt (pre) és vízben tárolás után (poszt).



10. ábra: A standard lineáris modellel illesztett átlagos E_2 modulus értékek vízben tárolás előtt (pre) és vízben tárolás után (poszt).



11. ábra: A standard lineáris modellel illesztett átlagos η viszkozitás értékek vízben tárolás előtt (pre) és vízben tárolás után (poszt).

E_1 pre	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	1,000	-			
3. csoport	0,476	1,000	-		
4. csoport	1,000	0,306	0,005*	-	
5. csoport	1,000	1,000	0,574	1,000	-

21. táblázat: A Bonferroni poszt hoc próba p értékei, amely összehasonlítja az egyes csoportok standard lineáris modellel illesztett átlagos E_1 modulus értékeit vízben tárolás előtt.

E_1 poszt	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	1,000	-			
3. csoport	0,394	0,275	-		
4. csoport	0,088	0,031*	<0,001*	-	
5. csoport	0,181	0,102	1,000	<0,001*	-

22. táblázat: A Bonferroni poszt hoc próba p értékei, amely összehasonlítja az egyes csoportok standard lineáris modellel illesztett átlagos E_1 modulus értékeit vízben tárolás után.

E_2 pre	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	0,064	-			
3. csoport	0,345	<0,001*	-		
4. csoport	1,000	0,011*	0,932	-	
5. csoport	0,490	1,000	0,001*	0,134	-

23. táblázat: A Bonferroni poszt hoc próba p értékei, amely összehasonlítja az egyes csoportok standard lineáris modellel illesztett átlagos E_2 modulus értékeit vízben tárolás előtt.

E_2 poszt	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	0,056	-			
3. csoport	0,072	1,000	-		
4. csoport	<0,001*	<0,001*	<0,001*	-	
5. csoport	<0,001*	1,000	1,000	<0,001*	-

24. táblázat: A Bonferroni poszt hoc próba p értékei, amely összehasonlítja az egyes csoportok standard lineáris modellel illesztett átlagos E_2 modulus értékeit vízben tárolás után.

η pre	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	1,000	-			
3. csoport	0,234	0,085	-		
4. csoport	1,000	1,000	0,035*	-	
5. csoport	0,421	0,157	1,000	0,066	-

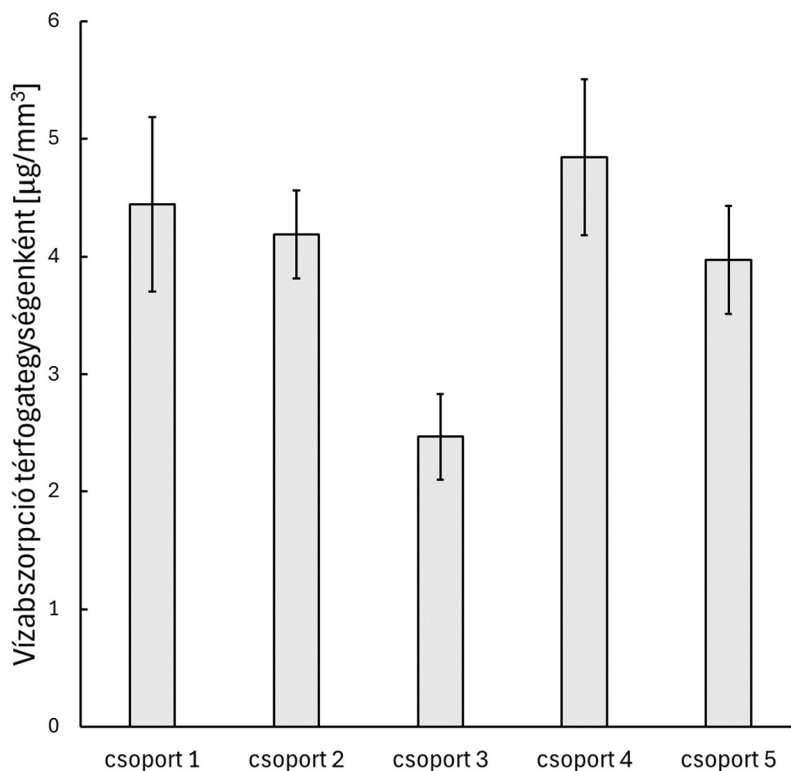
25. táblázat: A Bonferroni poszt hoc próba p értékei, amely összehasonlítja az egyes csoportok standard lineáris modellel illesztett átlagos η viszkozitás értékeit vízben tárolás előtt.

η poszt	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	0,607	-			
3. csoport	0,458	1,000	-		
4. csoport	<0,001*	<0,001*	<0,001*	-	
5. csoport	<0,001*	0,224	0,362	<0,001*	-

26. táblázat: A Bonferroni poszt hoc próba p értékei, amely összehasonlítja az egyes csoportok standard lineáris modellel illesztett átlagos η viszkozitás értékeit vízben tárolás után.

5.3 Vízben tárolás eredményei

A harminc nap alatt abszorbeált vízmennyiséget mutatja be a **16.** ábra egyesnyi térfogatra normálva. A **27.** táblázat mutatja a poszt hoc összehasonlító próba eredményeit, amelyből látható, hogy a 3. csoport mutat szignifikánsan alacsonyabb értéket a többi csoporthoz képest ($p=0,007$; $p=0,017$; $p=0,007$; $p=0,034$).



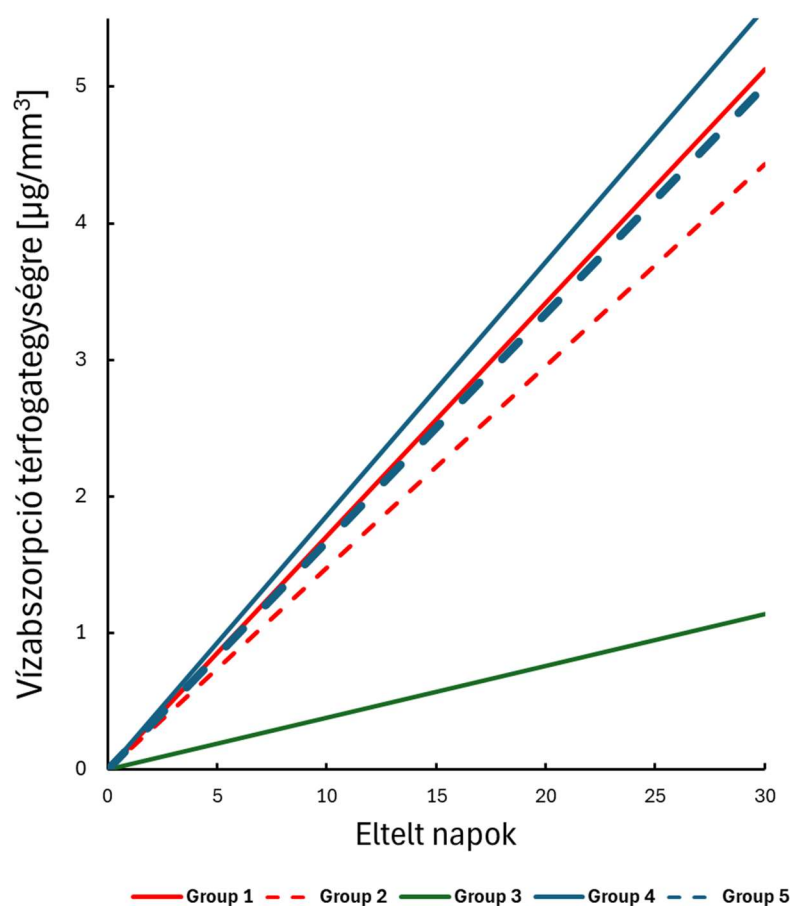
12. ábra A különböző csoportok vízabszorpciója térfogategységenként.

	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
1. csoport	-				
2. csoport	0,724	-			
3. csoport	0,007*	0,017*	-		
4. csoport	0,646	0,451	0,007*	-	
5. csoport	0,507	0,760	0,034*	0,312	-

27. táblázat Az LSD poszt hoc próba p értékei, mely összehasonlítja az egyesnyi térfogatra jutó vízfelvétel eredményeit a különböző csoportok között.

Egy lineáris tendencia figyelhető meg az egyesnyi térfogatban abszorbeált víz és a vízben tartott napok száma között, ezt az összefüggést ábrázoltuk a **13.** ábrán. Az ábrán csak az illesztett egyeneseket ábrázoltuk a különböző csoportok esetén. Az illesztett egyenesek

paramétereit a 28. táblázatban foglaltuk össze, amely az egyenesek meredekségét, az r – Pearson-féle korrelációs együtthatókat és R^2 determinációs együttható értékeket tartalmazza. A 3. csoport kivételével a hasonló meredekségek, hasonló sebességű vízfelvételt jelentenek, amely napi $0,148 - 0,186 \frac{\mu g}{mm^3}$ közötti érték volt. A 3. csoport esetében sokkal kisebb vízfelvételi sebességet mértünk, mindössze $0,038 \frac{\mu g}{mm^3}$ -t naponta. Feltételezhetően hosszútávon ezek nem lineáris összefüggések, hanem egy telítési görbék és egy adott idő után nem venne fel több vizet.



13. ábra Az egységnyi térfogatra jutó vízfelvétel a különböző csoportokra az eltelt napok függvényében.

	1. csoport	2. csoport	3. csoport	4. csoport	5. csoport
Meredekség	0,71	0,148	0,038	0,186	0,167
t-próba p értékei	<0,001*	<0,001*	0,052	<0,001*	<0,001*
r	0,71	0,80	0,17	0,85	0,73
R ²	0,51	0,64	0,03	0,73	0,57

28. Táblázat A lineáris regresszió paraméterei a különböző csoportoknál.

6. Összefoglalás

A mintákon összesen 2280 statikus keménységmérést végeztünk. Ezen mérésekből a statisztikai próbák kimutatták, hogy az egyrétegű PFC (4. csoport) a polimerizációs megvilágítás irányában (az alján és tetején) szignifikánsan kisebb átlagos keménységet mutat a többi csoporttal szemben. A vízben tárolás hatására a kontroll csoport (1.csoport, háromrétegű PFC) átlagos keménysége csökkent, így már nem tért el szignifikánsan a háromrétegű és egyrétegű PFC csoportoktól. Ezzel szemben a minták oldalán (a polimerizációs megvilágítás irányára merőlegesen) végzett mérések során az egyrétegű SFRC minták (3. csoport) mutattak szignifikánsan nagyobb átlagos keménységet a háromrétegű PFC, SFRC és egyrétegű PFC (1., 2. és 4. csoportok) mintákkal szemben.

Kúszás vizsgálatot végeztünk csoportonként 6 minta tetején vízben tárolás előtt és után, amely összesen 600 merést jelent. Ezekre a mérésekre sikeresen rá tudtuk illeszteni a standard lineáris modellt, ebből meghatározva egy a terhelés idejétől független rugalmassági modult E_1 és az időbeli függést leíró E_2 és η retardált modulus és viszkozitás értékeket. Ezen paraméterek vízben történő tárolás hatására történő változást is vizsgáltuk. A vízben tárolás után a mérések során az egyrétegű PFC-t (4. csoportot) kivéve minden csoportban nőttek az említett paraméter értékei. A 4. csoportnál a retardált modulus és viszkozitás egyértelműen csökkent és szignifikánsan eltért a többi csoport ugyanezen értékeihez képest. Ezzel összhangban a kúszási elmozdulás is változott a vízben tárolás hatására az egyrétegű PFC (4. csoport) esetében nőttek, a többi csoporté pedig csökkent és így szignifikánsan nagyobb az átlagos kúszási elmozdulás a 4. csoportnál a többi csoporthoz képest. Fontos megjegyezni, hogy a fogászatban az egyrétegű PFC-t (bulkfill egybetömést) ennek megfelelően nem is szokták alkalmazni.

Minden csoportnál kimutatható volt a vízabszorpció. Az egyrétegű SFRC-n (3.csoport) kívül hasonló vízfelvételi sebességet tapasztaltunk $0,148 - 0,186 \frac{\mu g}{mm^3 nap}$, az említett csoport esetében ez a sebességérték $0,038 \frac{\mu g}{mm^3 nap}$ és ez a különbség az poszt hoc próba szerint szignifikáns.

7. Köszönetnyilvánítás

Köszönöm a Semilab Félvezető Laboratórium Zrt. Nanoindenter csoportjának: Bali Krisztiánnak, Gulyás Gábornak, Horváth Mercédesznek, Jurák Róbertnek, Mészáros Gergőnek, Nagyillés Bálint Gáspárnak és Papp Sándornak a nanoindentációs mérésekben és kiértékelésben nyújtott segítségért.

Köszönöm a SZTE Konzerváló és Esztétikai fogászat intézetnek a kompozit mintákat.

Köszönöm a SZTE Optikai- és Kvantumelektronikai tanszékről Dr. Hopp Bélának és Kopjánszki Juditnak a mikroszkópiás eljárásokban nyújtott segítséget.

Köszönöm a SZTE Orvosi Fizikai és Orvosi Informatikai Intézetéről Dr. Tóth Zsoltnak a dolgozat írásában nyújtott segítséget.

Témavezetőimnek Dr. Tarjányi Tamásnak és Dr. habil. Fráter Márknak köszönöm a kutatómunka során nyújtott segítséget.

8. Irodalomjegyzék

- (1) Fischer-Cripps, A. C. Time-Dependent Nanoindentation. Mechanical Engineering Series, 2011, 125–145. https://doi.org/10.1007/978-1-4419-9872-9_7.
- (2) Poon, B.; Rittel, D.; Ravichandran, G. An Analysis of Nanoindentation in Linearly Elastic Solids. International Journal of Solids and Structures, 2008, 45, 6018–6033. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2008.07.021>.
- (3) Pharr, G. M.; Oliver, W. C. Measurement of Thin Film Mechanical Properties Using Nanoindentation. MRS Bulletin, 1992, 17, 28–33. <https://doi.org/10.1557/s0883769400041634>.
- (4) Fráter, M.; Grosz, J.; Jakab, A.; Braunitzer, G.; Tarjányi, T.; Gulyás, G.; Bali, K.; Villamachado, P. A.; Garoushi, S.; Forster, A. Evaluation of Microhardness of Short Fiber-Reinforced Composites inside the Root Canal after Different Light Curing Methods – An in Vitro Study. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2024, 150, 106324. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2023.106324>.
- (5) Li, S.; Patwardhan, A. G.; Amirouche, F. M. L.; Havey, R.; Meade, K. P. Limitations of the Standard Linear Solid Model of Intervertebral Discs Subject to Prolonged Loading and Low-Frequency Vibration in Axial Compression. Journal of Biomechanics, 1995, 28, 779–790. [https://doi.org/10.1016/0021-9290\(94\)00140-y](https://doi.org/10.1016/0021-9290(94)00140-y).
- (6) Flügge, W. Viscoelastic Models. Viscoelasticity, 1975, 4–33. https://doi.org/10.1007/978-3-662-02276-4_2.